

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-104130

(43)Date of publication of application : 11.04.2000

(51)Int.Cl.

C22C 1/08

(21)Application number : 11-195260

(71)Applicant : NAKAJIMA HIDEO

(22)Date of filing : 09.07.1999

(72)Inventor : NAKAJIMA HIDEO

(30)Priority

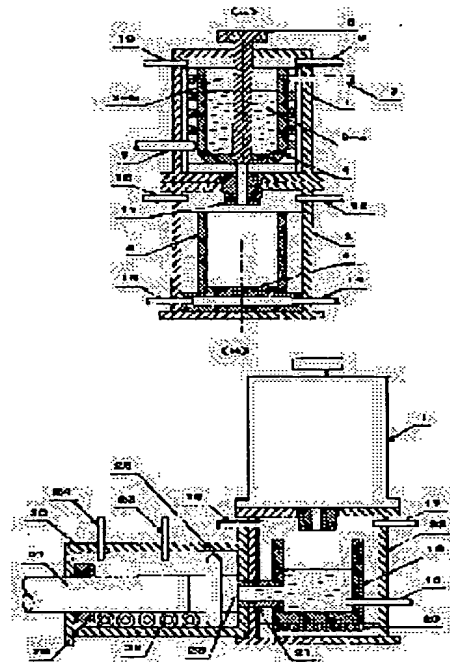
Priority number : 10227624 Priority date : 27.07.1998 Priority country : JP

## (54) MANUFACTURE OF POROUS METAL

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method of manufacturing a porous metal having excellent machinability and formability and directional properties, which has a means of continuously and stably forming pores of precise form in various kinds of metallic materials, that is, such metallic materials as are not restricted to metals whose metal-gas constitution diagrams have eutectic points, while controlling the direction, size, porosity, and structure of pores.

**SOLUTION:** By dissolving gas in a molten metal by the use of hydrogen gas or nitrogen gas and argon gas or helium gas in a heating chamber 1 having a pressure control system, a solidification regulation chamber 22, and a solidification chamber 2 or 30 and precipitating the gas within a solid phase, a prescribed directional porous structure is manufactured or a prescribed sheet-like or bar-shaped porous structure by continuous casting is manufactured.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-104130

(P2000-104130A)

(43) 公開日 平成12年4月11日 (2000.4.11)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C 2 2 C 1/08

識別記号

F 1

C 2 2 C 1/08

テマコード\* (参考)

B

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平11-195260

(22) 出願日 平成11年7月9日 (1999.7.9)

(31) 優先権主張番号 特願平10-227624

(32) 優先日 平成10年7月27日 (1998.7.27)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 398046286

中嶋 英雄

大阪府高槻市日吉台5番町6番40号

(72) 発明者 中嶋 英雄

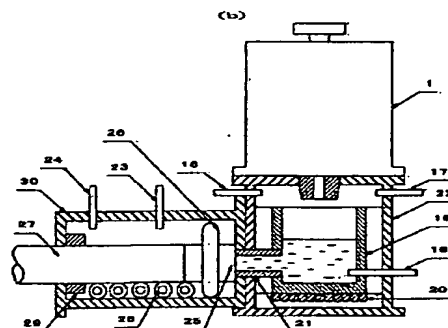
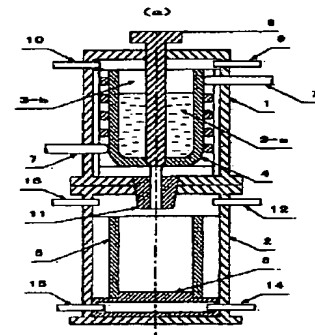
大阪府高槻市日吉台五番町6番40号

(54) 【発明の名称】 ポーラス金属の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 多数の種類に及ぶ金属材料、即ち、金属-ガス系状態図が共晶点を有する金属に限定されない金属材料をボア方向、サイズ、ポロシティ及び構造を制御して、精確な形態のボアを連続的に、しかも、安全に生成する手段を有し、機械的加工並びに成形に優れた特性と方向性をもつポーラス金属の製造方法を提供する。

【解決手段】 圧力制御システムを有する加熱室1、凝固調整室22及び凝固室2或いは30の内部で水素ガス或いは窒素ガス及びアルゴンガス或いはヘリウムガスを用いて、溶融金属中にガスを溶解して、凝固させる時に、該ガスを固相内に析出させることによって、所定の方向性ポーラス構造体を作製し、或いは連続鋳造による所定の板状及び棒状のポーラス構造体を作製する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 液体金属材料中でのガス原子の溶解度が大きく、固体金属材料中でのガス原子の固溶度が小さい材料を溶解し、凝固させることを特徴とするポーラス金属の製造方法。

【請求項 2】 母体材料が金属である請求項 1 に記載のポーラス金属の製造方法。

【請求項 3】 ガスが水素或いは水素混合ガス又は、酸素或いは、酸素混合ガスである請求項 1 に記載のポーラス金属の製造方法。

【請求項 4】 冷却・凝固中に設定圧力を変化させることによってポアの幾何学的形態を変える請求項 1 に記載のポーラス金属の製造方法。

【請求項 5】 冷却・凝固中に設定圧力を変化させることによって前記ポアのない凝固領域と該ポアの生成されたポーラス凝固領域を形成させることができる請求項 1 に記載のポーラス金属の製造方法。

【請求項 6】 凝固／液体界面の成長方向を制御して、前記ポアの成長方向を制御することができる請求項 1 に記載のポーラス金属の製造方法。

【請求項 7】 円筒状の鑄型の側面を冷却することによって放射状の前記ポアを生成することができる請求項 1 又は請求項 6 に記載のポーラス金属の製造方法。

【請求項 8】 鑄型の底面を冷却することによって多芯構造の前記ポアを生成することができる請求項 1 又は請求項 6 に記載のポーラス金属の製造方法。

【請求項 9】 前記ガスが窒素、不活性ガス、又は窒素と不活性ガスとの混合ガスである請求項 1 ないし請求項 2 又は、請求項 4 ないし請求項 8 のいずれかの請求項に記載のポーラス金属の製造方法。

【請求項 10】 鑄造法において、熔融温度及び前記ガスの圧力を制御して、前記金属材料中に該ガスを溶解させ、凝固させる時に、冷却温度及び該ガスの圧力を制御し、固相内に該ガスを析出させて、ポアを生成する請求項 1 ないし請求項 9 のいずれかの請求項に記載のポーラス金属の製造方法。

【請求項 11】 連続鑄造法において、前記ガスを溶融した前記金属材料を鑄型から連続的に押し出す速度と、冷却速度とを制御して、凝固させる請求項 1 ないし請求項 10 のいずれかの請求項に記載のポーラス金属の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ポーラス金属の製造方法に関するものである。詳しくは、ポーラス金属材料固有の大きな表面を利用した機能材料及び多数のポアの内在による金属材料の軽量化などの応用分野を指向したポーラス金属の製造方法で、触媒材料、防震材料、衝撃緩衝材料、電磁波シールド材、濾過材料、軸受材料、放熱材料、水素吸蔵合金材料、電極材料、消音材料、自

動車・航空機の各種機械部品材料、生体医療材料及びその他複合材料の母材等に應用されるものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来のポーラス金属の製造技術においては、等圧気体雰囲気下における金属－ガス系状態図が共晶点を有する金属材料に限定したものであり、その適用金属材料の種類に限界があった。又、金属材料が金、銀以外のものは、酸化現象を起こすために、酸素ガスを使用することはできない。更に、水素ガスを使用する場合は、水素ガスが或種の金属材料に及ぼす影響や製造過程における危険性などから大容量のポーラス金属の作製には限界のある製造方法である（特開平 10-088254 号）。

【0003】他のポーラス金属材料に関しては、粉末冶金焼結法によって作られたポーラス金属材料（特開平 08-142103 号）、発泡樹脂にニツケルメッキを施した後、発泡樹脂を焼成して、作製したセルメット（特開平 04-002759 号）及び水素ガスによる発泡法を利用したアルポラス等が製造され、音響機器の部材や結露防止用建材等に使われている。しかしながら、これらの製造工程は、複雑で、コスト高になること、ポアの方  
10 向制御やサイズの制御が容易でないこと、そして特定の金属しかポーラス化することができないので、適用金属が限定されること、そして更に機械的加工や成型が容易でないこと等の多くの欠点を有するため、使用上の制約の多いのが現状である。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、ポーラス化できる適用金属材料が多数の種類に及ぶこと、水素ガスの危険性を回避して、大容量のポーラス金属の作製方法が可能であること、並びに連続作製の方法が可能である。そして更に、ポアの方  
20 向やサイズの制御及びポロシティの制御が可能であること、機械的及び物理的性質が優れていること、及び機械的加工や成形が容易であること等の特長を具備して、従来技術の問題点を十分に解決し、優れたポーラス金属の材料の作製を可能にした斬新な手法による製造方法を提供することを目的としている。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、上記の課題を解決する手段として、図 2 の（a）に示すように、金属材料の液相内でのガスの溶解度が大きく、金属材料中の固相内でのガスの固溶度が小さい前記金属材料を該ガスの圧力と熔融温度を制御して、所定のガス雰囲気下に溶融し、凝固温度と、凝固圧力を制御して、所定のガス雰囲気下と温度で凝固し、固相内に過飽和の溶解ガスの分量を析出して、ポアを形成し、更に、冷却方向の制御ができる鑄型で所定の構造をもつポーラス金属を作製する手段を講じたものである。従って、図 2 の（b）に示すように、多数の種類に及ぶ該金属材料を上記の諸パラメ

ータを制御し、C1及びC2に表わすような範囲の多様な状態を選んで、凝固することによって、多種多様な構造にポーラス化することが可能である。

【0006】更に、前記金属材料に溶解するガスに溶解度の大きい水素ガスを用いるのであるが、他の方法として窒素ガス或いは窒素と不活性ガスとの混合ガスを用いることによって、大容量のポーラス金属の作製や連続作製方法にともなう製造装置の機能強化並びに大型化を可能にし、該金属材料の溶解、冷却及び凝固の工程において設定温度及び圧力を安全に制御して、ボアの幾何学的形態を容易にしかも精確に変化させる手段を具備している。

【0007】前記混合ガスに用いる不活性ガス並びに冷却・凝固の圧力調節に用いる不活性ガスは、アルゴン、ヘリウム等であるが、ヘリウムガスは、アルゴンガスより熱伝導性が良いので、鉄系金属材料のポーラス化に有効である。

【0008】前記ガスを溶解する圧力の制御について以下、説明する。設定温度下で該ガスの圧力或いは、混合ガス中の該ガスの分圧が熔融金属の中に溶解する該ガスの量を決定し、該ガスの圧力を制御して、増加すると、溶解金属中のガスの溶解度を大きくすることができ、該ガスは、その所定の溶解圧力下で飽和濃度に達する。所定の圧力を得るために、予め設定した分圧の該ガスを供給して、調整する。所定の圧力に達した後、該溶解金属は、凝固温度及び凝固圧力の制御手段を有する鑄型に流し込まれる。

【0009】前記凝固圧力の制御について以下、説明する。前記溶解金属を冷却し、凝固時の凝固圧力を制御して、所定の溶解圧力下で前記溶解ガスの量と固体の中の該ガスの固溶度との差に等しいガス量が凝固フロントの直前のガス気泡に変化（生成）する。このガス気泡は、固相と同時に発生し、凝固フロントに常に存在して、凝固時の金属内にセル構造を形成する。

【0010】凝固時に前記溶解金属が析出した前記ガスの量である過剰体積は、前記溶解温度と前記溶解圧力によって決定されるので、前記ポーラス金属中のボア生成量は、溶解温度、凝固温度、溶解圧力及び凝固圧力のいわゆるプロセスパラメーターの関数として、記述でき、これらのパラメーターはプロセスの過程において容易にしかも正確に制御することができる。この凝固圧力を溶解時の溶解圧力と同等にするか、増加させるか或いは、減少させるかという圧力制御によってボアの構造、サイズ、及び量、即ち、ポロシティを決定することができる。

【0011】これらのパラメーターに加えて、凝固時の前記ガス溶解金属からの熱除去の方向がボアの構造を制御する重要な因子の一つであり、図3に示すように、該ガス溶解金属は、冷却面に対して直角に凝固を続けて、ボアの成長に方向性をもち、所定の形態のポーラス金属

に形成される。図3の(a)は、鑄型の冷却面が前記ガス溶解金属の底面を冷却して、一方向性の多芯状ボアを、(b)は、外周側面を冷却して、放射状ボアを、(c)は、連続生成による板状の上面を冷却して、不連続性の弧状をボアを、(d)は、同じく連続生成による棒状の外周側面を冷却して、不連続性の放射状ボア等の多様な形態をなすボアを形成することを特徴とするポーラス金属の製造方法を提供する。

#### 【0012】

【発明の実施形態】本発明は、溶解した金属材料中でガスを溶解させた後、凝固させて、固体に変態させる過程において過飽和の該ガスが固相内に析出されるという性質を利用して、ポーラス金属を製造するものである。以下、図面に示す好ましい実施の形態及び実施例について説明する。

【0013】図1の(a)に示す本発明は、加熱手段の誘導加熱コイル7、るつぼ4及びストッパーロッド8を有する加熱室1とその下部に冷却手段の冷却部6及び鑄型5を有する凝固室2を取り付けて、鑄型に組み立てられた構造の好ましい実施形態を示している。全体の構造は、母材である金属材料3-aを所定の温度で熔融し、所定の圧力下でガス3-bを溶解して、溶解圧力を保ち、更に所定の凝固温度と凝固圧力下で冷却して、凝固させるために、加熱室1及び凝固室2は、各々内部の機密性を保つようになっている。

【0014】るつぼ4に搬入された金属材料3-aが加熱器7によって熔融する時、加熱室1の内部はガス排出パイプ10を用いて、真空状態にある。そして、所定のガス溶解温度に達した時、ガス注入パイプ9を用いて、所定のガス3-bが注入され、所定の溶解圧力と所定の温度を一定時間保持する状態下でガス3-bが溶解された金属材料3-aに溶解して、飽和濃度に到達する。上記のように、金属材料3-aとガス3-bが飽和濃度に達した状態下でストッパーロッド8が上方へ移動して、導入ファンネル11を開き、ガス3-bと溶解した金属材料3-aが下方の凝固室2の内部に位置する鑄型5に導入される。

【0015】凝固室2の内部は、ガス注入パイプ12及びガス排出パイプ13を用いて、所定の凝固圧力下に保たれ、冷却手段である冷却部6は、冷却水流入パイプ14及び冷却水流出パイプ15を用いて、鑄型5の底面を冷却する。したがって溶解した金属材料3-a及びガス3-bは、鑄型5の底面に接触した面から凝固を始め、溶解した過飽和のガス3-bが固相内に気泡として析出し、同時に上方に向かって、凝固フロントに継続的に存在しながら多数の一方向性ボアを形成する。上記の鑄型5は、図3の(a)に示す冷却様式に対応するものであり、図4の(a)に示す形態の一方向性の多芯状ボアを形成するものであるが、目的によっては、図3の(b)に示す冷却様式の鑄型を装着して、図4の(b)

に示す形態の放射状ポア及び更には、図4の(e)に示すランダムな形態の球状ポア図4の(f)ランダムポーラス層とノンポーラス層の積層をもつポーラス金属、

(g)多芯状ポーラス層とノンポーラス層の積層構造をもつポーラス金属(h)ノンポーラスの表皮層をもつポーラス金属等を形成する。一方向凝固中の凝固圧力を徐々に増加させると、複数のポアとポアの間を接近させ、逆に、一方向凝固中の凝固圧力を徐々に減少させると、複数のポアとポアの間を広げて、分散させることができ、したがって、凝固圧力を時間の経過と共に連続的に減少させると、ポアサイズの小さな数密度の高いポーラス領域からポアサイズの大きな数密度の低いポーラス領域へとポアの分布に勾配(傾斜化)をつけることが可能である。以上の製造工程を図7に示し、フローチャートで表わす。

【0016】図1の(b)に示す本発明は、ポーラス金属を連続的に形成する方法、即ち、連続鋳造の他の実施形態である。加熱室1の内部にある溶解金属3-a・ガス3-bは、導入ファンネル11から継続的に保温容器19に導入される。保温容器19は、加熱室1の下方に組み立てられ、下部装置である凝固調整室22の内部の好ましい位置に装着されており、凝固調整室22の内部は、ガス注入パイプ16・不活性ガス注入パイプ17及びガス排出パイプ18を用いて、加圧並びに減圧操作を行ない、所定の凝固圧力に保持される。一方、保温容器19は、加熱器20によって、所定の凝固温度に保たれ、その溶解金属3-a・ガス3-bは、導入ファンネル11の導入操作並びに不活性ガスの圧力操作によって所定の量が保持されて、鋳型21の開口部から冷却部25の冷却面に対して押し出す圧力が調整される。上述の押し出す圧力は、溶解金属3-a・ガス3-bの導入される量と鋳型21から押し出す量とのバランス上に成り、この押し出す量を制御する手段として冷却部25を先端に装着したリード・スピンドル27が用いられ、リード・スピンドル27は、所定の速度で移動して、継続的に前記の押し出す圧力を所定の圧力に保持し、又、押し出す量を制御するようになっている。

【0017】上記の押し出す量は、冷却部25の冷却面によって冷却されて、凝固を始めながら、凝固室30の内部にリードされ、鋳型21で形成された形状の外周或いは側面が補助冷却部26によって冷却されて、凝固する。凝固室30の内部は、不活性ガス注入パイプ23及びガス排出パイプ24並びに搬出口気密用具29を用いて、凝固圧力を調節されるようになっている。

【0018】図4の(c)、(d)は、上述の連続鋳造の方法によって形成されたもので、(c)は不連続性の弧状ポアの断面構造を示し、(d)は、不連続性の放射状ポアの断面構造を示す。連続鋳造されたこれらのポーラス金属は、ローラ・コンベヤー28の上をリード・スピンドル27によってリードされ、搬出口気密用具2

9から凝固室30の外へ搬出されるようになっている。

【0019】本発明は、以上述べた実施例によって限定されるものではなく、製造方法の細部において様々な態様が可能である。

【実施例】以下図5、図6に示す本発明の実施例について説明する。ポーラス金属中のポアの育成量及び形態即ち、ポアの方向、サイズ、ポロシティ等の形成は、熔融温度、溶解ガス圧力、凝固ガス圧力、冷却温度、凝固冷却速度、不活性ガスとの混合体積比・圧力等のパラメーターを自由に正確に制御して、決定することができる。

【0020】図5の(a)は、約1,250°Cに溶解した銅に水素ガスをそれぞれ所定の水素とアルゴンの混合ガスの圧力下で溶解させ、それぞれ所定の水素とアルゴンとの混合ガスの圧力下で凝固させて、一方向性の多芯状ポアを作製したポーラス銅のポロシティの分布

(%)を水素ガスの圧力とアルゴンガスの圧力との関係で表わしている。例えば、図5の(b)に示す上記の銅-水素・アルゴン混合ガス系のポロシティは、①が約19%、②:約27%、③:約28%及び④:約33%で、溶解水素ガスの圧力と不活性ガスのアルゴンガスの圧力との混合対比の変化に伴って、ポロシティが変化し、水素ガスの圧力がアルゴンガスの圧力に対して、相対的に増大すると、ポロシティ率が増大することを表わしている。ポアのサイズは、①の場合が直径50μm~200μmで、200μm程度のポアがまばらであり、②は、50μm~100μmで、ほぼ平均して、密集しており、③は、50μm~120μmで、②と同じようであるが、大きなサイズのポアの方が多く見受けられ、④は、100μm~230μmで、120μmのサイズのポアが平均的に多く見受けられる。以上のように、ポロシティが増大すると、ポアのサイズ、即ち、直径が大きくなり、又、極端にポロシティが減少すると、直径が大きくなることがわかる。

【0021】図6の(a)は、約1,650°Cに溶解した鉄に窒素ガスをそれぞれ所定の窒素とヘリウムの混合ガスの圧力下で溶解させ、それぞれ所定の窒素とヘリウムとの混合ガスの圧力下で凝固させて、一方向性の多芯状ポアを作製したポーラス鉄のポロシティの分布(%)を窒素ガスの圧力とヘリウムガスの圧力との関係で表わしている。図6の(b)の光学顕微鏡写真は、上記の鉄-窒素・ヘリウム混合ガス系のそれぞれのポロシティを示し、①が約0.1%、②:約18%、③:約43%及び④:約53%で、溶解窒素ガスの圧力とヘリウムガスの圧力との混合対比の変化に伴って、ポロシティが変化し、窒素ガスの圧力がヘリウムガスの圧力に対して、相対的に増大すると、ポロシティ率が増大することを表わしている。このことは銅-水素・アルゴン混合ガス系と同じ傾向を示している。

【0022】本発明は、以上に述べた実施の形態及び実施例によって限定されるものではなく、製造方法及び生

成の形態の細部において様々な態様が可能である。

### 【0023】

【発明の効果】本発明は、前記ポアの質を保ちつつ、しかも製造プロセスが簡単で、高い生産性を有する前記ポーラス金属の作製法であり、この製造方法は、十分な大きさの圧力容器、温度制御システム、雰囲気組成と圧力を調整できるシステム及び凝固システムがあれば、比較的容易に工業生産レベルで実用化することができ、特に、鉄系金属材料においては、窒素ガスとヘリウムの不活性ガスを用いることによって、容易に連続製造法の実用化ができる。この製造方法に従って作られたポアの構造は、優れた機械的性質を示し、特徴として、ポロシティが35%未満で、ポアサイズが100 $\mu$ m以下のポアをもつ金属は表面処理することによって、ノンポーラスの母体金属よりも大きな比強度を持つことが見出された。このポーラス金属の特徴は、高強度と靱性があり、透過性或いは不透過性であって、該ポアの方向制御が可能で、該ポアを形成する直径が広範囲に及び、そして更に、切削性、加工性及び溶接性等に富んでいることである。更に、ポーラス化された金属は、内部摩擦がより巨大化して、その弾性率が減少し、金属の有する減衰能が大きいという特性が確認される。前記ポーラス金属は、多数のポアを有するため、莫大な表面積をもつ材料である。ところで、鉄鋼材料では、浸炭、窒化或いは焼入れ等の手法を用いて、表面付近だけを硬化させ、内部は、強靱性を維持するという表面硬化法がよく使われる。前記ポーラス鉄鋼材料にこの表面硬化法を応用して、表面を硬化することによって或いは、ポア表面に合金層を形成させることによってポーラス鉄鋼材料を強化させることができる。

【0024】これらの製造品の一次形状としては、棒状、板状、パイプ状及び円錐状等であり、それらの材料には、鉄、銅、ニッケル、マグネシウム、アルミニウム、チタン、クロム、タングステン、マンガン、コバルト、モリブデン及びベリリウム並びにそれらの合金を用いることができる。更に、該ポアにこの溶媒金属とは異質の金属合金或いは、金属間化合物等その他の材料を充填化して、複合材料を新しく作り出すことができる。

### 【図面の簡単な説明】

【図1】(a)は、本発明の方法のための装置として加熱室1及び凝固室2の内部に装着された各手段を例示した概略図である。(b)は、本発明の連続製造の装置として連続加熱室1、凝固調整室2及び連続凝固室30の内部に装着された各手段を例示した概略図である。

【図2】(a)は、熔融金属中に溶解したガスが凝固時に固相内に過飽和の分量を析出して、ポアを形成した量を例示した概略図である。(b)は、Fe-N(鉄-窒素)系の状態図を例示して、凝固を表わした関係図である。

【図3】(a)は、冷却部が底面に装着された鋳型、

(b)は冷却部が円筒側面に装着された鋳型、(c)は連続製造において加熱された鋳型から継続的に押し出される板状金属の上面を冷却するように装着された冷却部、(d)は連続製造において加熱された鋳型から継続的に押し出される棒状金属の外周面を冷却するように装着された冷却部で、それらを例示した概略図である。

【図4】(a)は一方方向性多芯状の母線に平行な長いポアをもつポーラス金属、(b)は放射状ポアを形成するポーラス金属、(c)は連続製造の方法によって形成されたもので、不連続性の弧状ポアを形成する板状ポーラス金属、(d)は連続製造の方法によって形成されたもので、不連続性の放射弧状ポアを形成する棒状ポーラス金属、(e)は方向性が欠如したランダムな球状ポア、(f)はランダムポーラス層とノンポーラス層の積層構造、(g)は多芯状ポーラス層とノンポーラス層の積層構造、(h)ノンポーラス層の表皮層をもつ構造等のそれぞれの形態を例示した概念図である。

【図5】(a)は、熔融温度約1,250°Cで水素ガスを溶解したポーラス銅で、水素ガスの圧力或いは水素ガスの圧力とアルゴンガスの圧力との対比及びポロシティとの関係を表わす概略図である。(b)は、①が(水素0.2MPa-アルゴン0.6MPa)、②：(水素0.4MPa-アルゴン0.4MPa)、③：(水素0.6MPa-アルゴン0.2MPa)及び④：(水素0.8MPa)の圧力下でポーラス銅の横断面を示した図面に代わる光学顕微鏡写真である。

【図6】(a)は、熔融温度約1,650°Cで窒素ガスを溶解したポーラス鉄で、窒素ガスの圧力或いは窒素ガスの圧力とヘリウムガスの圧力との対比及びポロシティとの関係を表わす概念図である。(b)は、①が(窒素0.3MPa-ヘリウム1.2MPa)、②：(窒素1MPa-ヘリウム1MPa)、③：(窒素1MPa-ヘリウム0.5MPa)及び④：(窒素1.5MPa-ヘリウム0.5MPa)の圧力下でポーラス鉄の横断面を示した図面に代わる光学顕微鏡写真である。

【図7】本発明に係るポーラス金属の製造工程を示すフローチャートである。

### 【符号の説明】

- |     |             |
|-----|-------------|
| 1   | 加熱室         |
| 2   | 凝固室         |
| 3-a | 金属          |
| 3-b | ガス          |
| 4   | ろつぽ         |
| 5   | 鋳型          |
| 6   | 冷却部         |
| 7   | インダクション コイル |
| 8   | ストッパーロッド    |
| 9   | ガス注入パイプ     |
| 10  | ガス排出パイプ     |
| 11  | 導入ファンネル     |

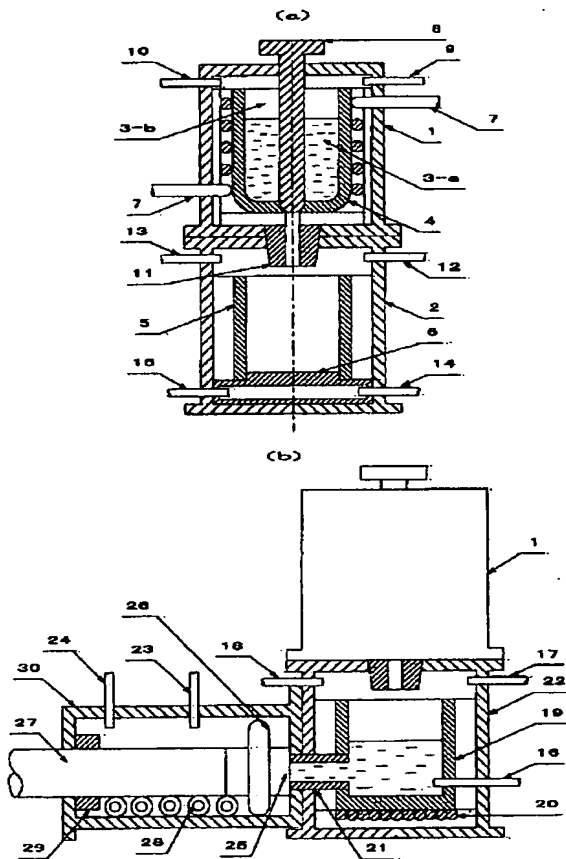
9

- 12 ガス注入パイプ
- 13 ガス排出パイプ
- 14 冷却水流入パイプ
- 15 冷却水流出パイプ
- 16 ガス注入パイプ
- 17 不活性ガス注入パイプ
- 18 ガス排出パイプ
- 19 保温容器
- 20 調整加熱室
- 21 連続铸造铸型

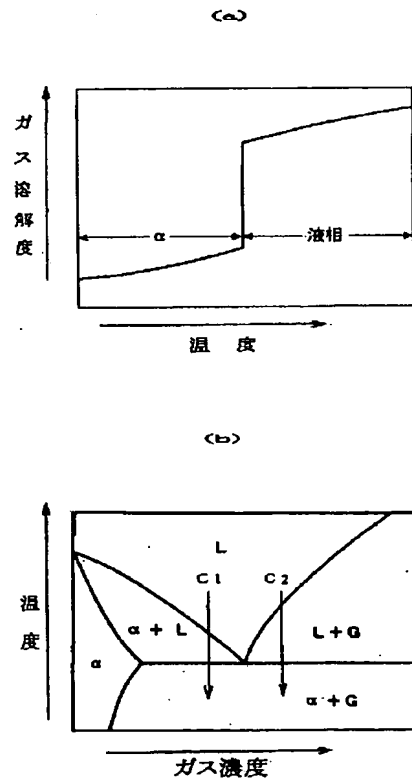
10

- 22 凝固調整室
- 23 不活性ガス注入パイプ
- 24 ガス排出パイプ
- 25 直接冷却部
- 26 間接冷却部
- 27 リード・スピンドル
- 28 ローラ・コンベヤー
- 29 排出口機密装置
- 30 凝固室

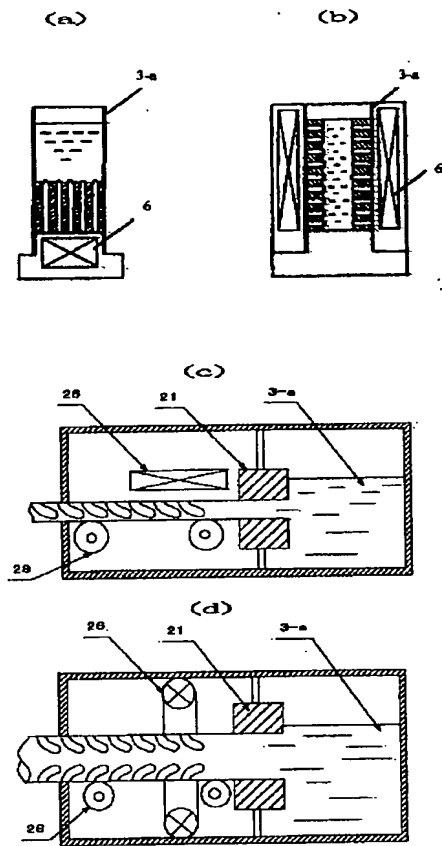
【図 1】



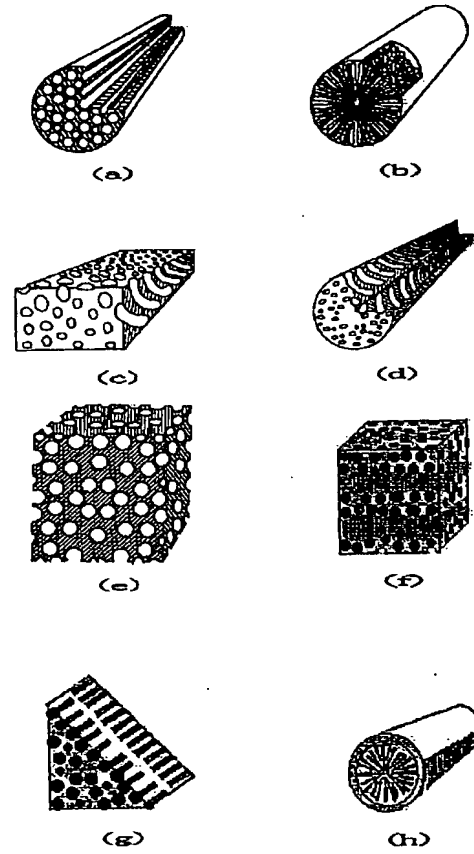
【図 2】



【図 3】

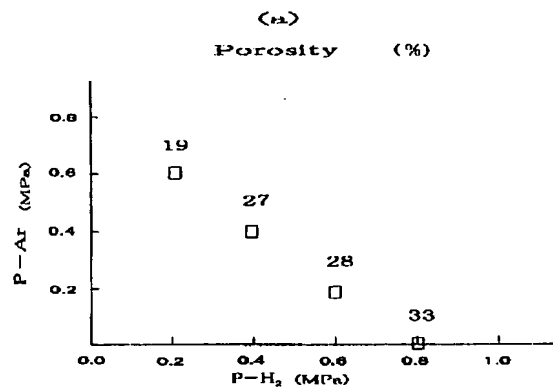


【図 4】

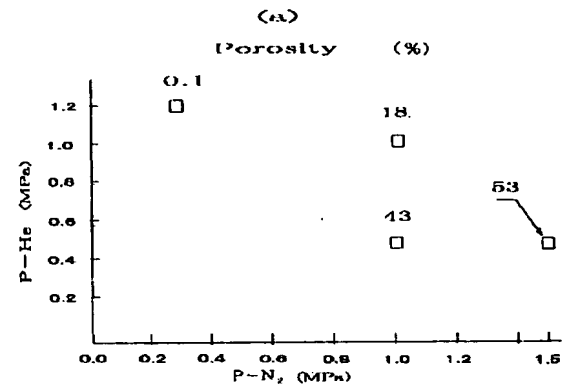




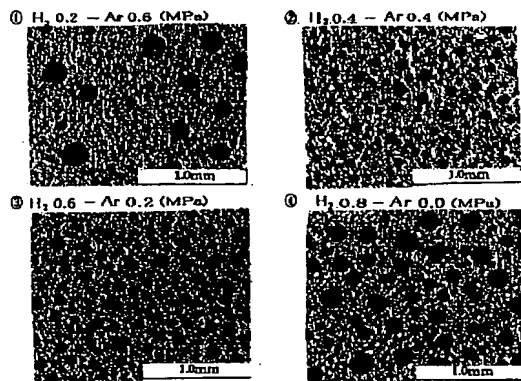
【図5】



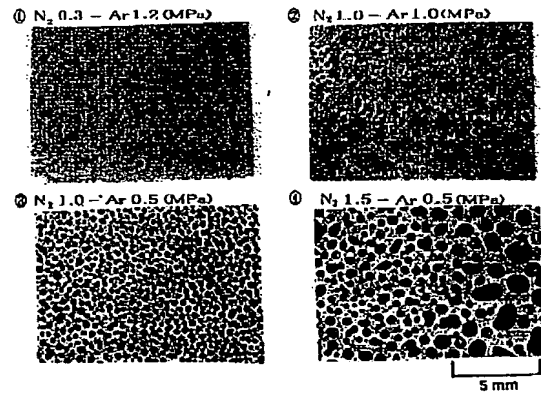
【図6】



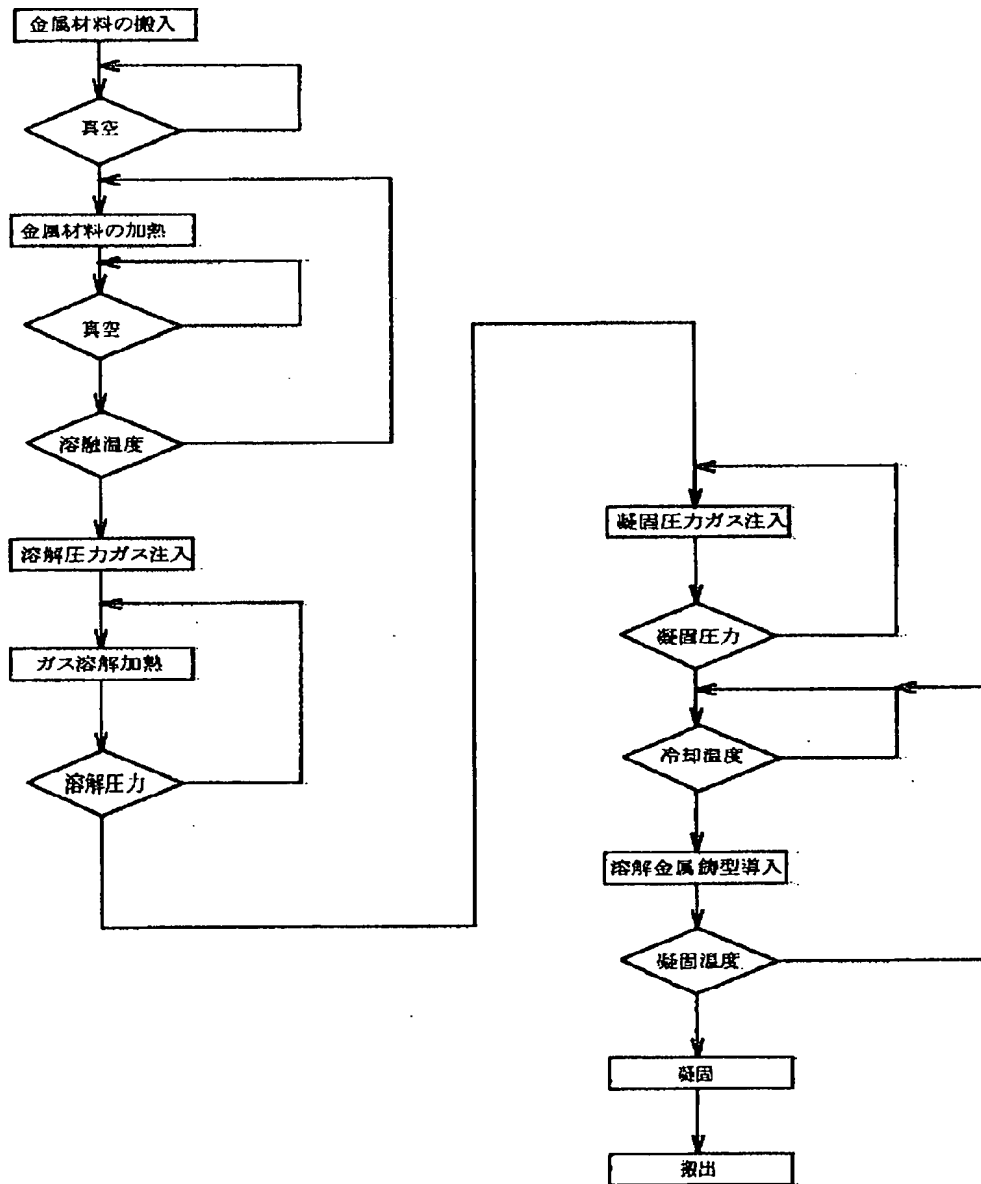
(b)



(b)



【図 7】



**\* NOTICES \***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

**[Detailed Description of the Invention]**

[0001]

[The technical field to which invention belongs] This invention relates to the manufacture method of a porous metal. It is the manufacture method of the porous metal which pointed to applicable fields, such as lightweight-izing of the functional material which used the big surface of a porous metallic material proper in detail, and the metallic material by immanency of much pores. They are a catalyst material, the charge of an earthquake-proof material, the charge of impact shock absorbing material, an electromagnetic shielding material, a \*\*\*\* material, a bearing material, a thermolysis material, a hydrogen storing metal alloy material, an electrode material, the charge of sound insulation, the various machine part materials of an automobile and the aircraft, a living body medical material, and the thing applied to the base material of composite material etc. in addition to this.

[0002]

[Description of the Prior Art] It set to the manufacturing technology of the conventional porous metal, the metal-gas system state diagram under isotonic gas 0 \*\*\*\* limited to the metallic material which has the eutectic point, and the limit was in the class of the application metallic material. Moreover, anythings other than gold and silver can use oxygen gas, in order that a metallic material may cause an oxidation phenomenon. Furthermore, when using hydrogen gas, hydrogen gas is the manufacture method which has a limit in production of a mass porous metal from the danger that it can set in the effect and the manufacture process which are exerted on the metallic material of \*\*\*\* etc. (JP,10-088254,A).

[0003] the cel which calcinated foaming resin and was produced after performing nickel plating to the porous metallic material (JP,08-142103,A) and foaming resin which were made by the powder metallurgy sintering process about other porous metallic materials -- ARUPORASU using the foaming method by the helmet (JP,04-002759,A) and hydrogen gas etc. is manufactured, and it is used for the member of an audio equipment, the building materials for dew condensation prevention, etc. However, these manufacturing processes are complicated, and since only becoming cost high, neither the directional control of pore nor control of size being easy, and a specific metal can be made porous and it has many defects, like that an application metal is limited and neither mechanical processing nor molding is still easier, as for the present condition, there is much constraint on use.

[0004]

[The technical problem which invention makes solution \*\*\*\*\*] This invention \*\*\*\* that the application metallic material which can carry out [ porous ]-izing attains to many classes, and danger of hydrogen gas, and the method of that the production method of a mass porous metal is possible and continuation production in a list is possible for it. And it aims at that the direction of pore, control of size, and control of porosity are still more possible, and offering mechanical and the manufacture method by the new technique of having possessed the features, such as that the physical property is excellent and mechanical processing and a thing [ shaping ], having fully solved the trouble of the conventional technology, and having enabled outstanding production of the material of a porous metal.

[0005]

[Means for Solving the Problem] As a means to solve the above-mentioned technical problem, as shown in (a) of drawing 2, this invention Solubility of gas within the liquid phase of a metallic material is large, and whenever [ dissolution / of gas within solid phase in a metallic material ] controls a pressure and melting temperature of this gas, for said small metallic material. Fuse under predetermined gas 0 \*\*\*\*, control coagulation temperature and a coagulation pressure, solidify at temperature the bottom of predetermined gas 0 \*\*\*\*, and a daily dose of solution gas of supersaturation is deposited in solid phase. Pore is formed and a means to produce a porous metal which has further structure predetermined with mold which can perform control of the cooling direction is provided. Therefore, as shown in (b) of drawing 2, it is possible to make it porous in various structures by choosing and solidifying various conditions of a range that many above-mentioned parameters are controlled and this metallic material that attains to many classes is expressed to C1 and C2.

[0006] Furthermore, although hydrogen gas with large solubility is used for gas which dissolves in said metallic material By using mixed gas of nitrogen gas or nitrogen, and inert gas as other methods Enlargement is made possible at an functional enhancement list of a manufacturing installation accompanying production of a mass porous metal, or a continuation production method, laying temperature and a pressure are safely controlled in a production process of melting of this metallic material, cooling, and coagulation, and a means to change a \*\*\*\*\*-gestalt of pore easily and precisely is provided.

[0007] Although inert gas used for pressure accommodation of cooling and coagulation at an inert gas list used for said mixed gas is an argon, helium, etc., since thermal conductivity of gaseous helium is better than argon gas, it is effective in porous-izing of an iron system metallic material.

[0008] Control of a pressure which dissolves said gas is explained hereafter. An amount of this gas that a partial pressure of a pressure of this gas or this gas in mixed gas dissolves into molten metal is determined under laying temperature, a pressure of this gas is controlled, if it increases, solubility of gas in a dissolution metal can be enlarged and this gas will reach saturated concentration under the predetermined dissolution pressure. In order to obtain a predetermined pressure, this gas of a partial pressure set up beforehand is supplied and adjusted. After reaching a predetermined pressure, this molten metal is slushed into mold which has a control means of coagulation temperature and a coagulation pressure.

[0009] Control of said coagulation pressure is explained hereafter. Said molten metal is cooled, a coagulation pressure at the time of coagulation is controlled, and capacity equal to a difference of whenever [ amount / of said solution gas / and dissolution / of this gas in a solid-state ] changes to gas air bubbles in front of a coagulation front under a predetermined dissolution pressure (generation). These gas air bubbles are generated in solid phase and coincidence, always exist in a coagulation front, and form the cellular structure in a metal at the time of coagulation.

[0010] Since superfluous volume which is the amount of said gas by which said molten metal deposited at the time of coagulation is determined by said melting temperature and said dissolution pressure, the amount of pore generation in said porous metal can be described as the so-called function of a process parameter of melting temperature, coagulation temperature, a dissolution pressure, and a coagulation pressure, and these parameters can be controlled easily and correctly in a process of a process. Pressure control of whether it is made whether this coagulation pressure is made equivalent to a dissolution pressure at the time of melting or to increase or it is made to decrease can determine structure of pore, size, and an amount, i.e., porosity.

[0011] these parameters -- in addition, the direction of heat removal from said gas dissolution metal at the time of coagulation is one of the important factors which control structure of pore, and as shown in drawing 3, this gas dissolution metal continues coagulation at a right angle to a cooling surface, has directivity in growth of pore, and is formed in a porous metal of a predetermined gestalt. As for (a) of drawing 3, a cooling surface of mold cools a base of said gas dissolution metal. On the other hand, multicore-like pore of tropism (b) The periphery side is cooled. Radial pore (c) The tabular upper surface by continuation generation is cooled, similarly (d) cools the periphery side of the shape of a rod

according pore to continuation generation in a discontinuous arc, and a manufacture method of a porous metal characterized by forming pore which makes various gestalten, such as discontinuous radial pore, is offered.

[0012]

[Embodiment of the Invention] After this invention dissolves gas in the dissolved metallic material, it is made to solidify, and in the process made to metamorphose into a solid-state, this gas of supersaturation manufactures a porous metal using the property to deposit in solid phase. Hereafter, the gestalt and example of desirable operation which are shown in a drawing are explained.

[0013] This invention shown in (a) of drawing 1 attaches the heat chamber 1 which has the induction-heating coil 7, the crucible 4, and the stopper rod 8 of a heating means, and the coagulation room 2 which has the cooling section 6 and mold 5 of a cooling means in the lower part, and shows the desirable operation gestalt of the structure assembled by the vertical type. The whole structure fuses metallic material 3-a which is a base material at a predetermined temperature, gas 3-b is dissolved under a predetermined pressure, a dissolution pressure is maintained, and in order to make it cool and solidify under further predetermined coagulation temperature and a coagulation pressure, a heat chamber 1 and the coagulation room 2 keep internal confidentiality respectively.

[0014] When metallic material 3-a carried in to the crucible 4 fuses with a heater 7, the interior of a heat chamber 1 is in a vacua using the gas discharge pipe 10. And when a predetermined gas melting temperature is reached, using the insufflation pipe 9, predetermined gas 3-b is poured in, a predetermined dissolution pressure and a predetermined temperature are dissolved in metallic material 3-a to which melting of the gas 3-b was carried out under the condition which carries out fixed time amount maintenance, and saturated concentration is reached. As mentioned above, the stopper rod 8 moves upwards under the condition to which metallic material 3-a and gas 3-b reached saturated concentration, and metallic material 3-a which dissolved the introductory funnel 11 with aperture and gas 3-b is introduced into the mold 5 located in the interior of the downward coagulation room 2.

[0015] The interior of the coagulation room 2 is maintained at the bottom of a predetermined coagulation pressure using the insufflation pipe 12 and the gas discharge pipe 13, and the cooling section 6 which is a cooling means cools the base of mold 5 using the circulating-water-flow close pipe 14 and the circulating-water-flow appearance pipe 15. Therefore, metallic material 3-a and gas 3-b which were dissolved form much one direction nature pores, while gas 3-b of the supersaturation which began coagulation and was dissolved from the field in contact with the base of mold 5 deposits as air bubbles in solid phase and exists in a coagulation front continuously toward the upper part at coincidence. Although it is the thing of the gestalt which the above-mentioned mold 5 corresponds to the cooling format shown in (a) of drawing 3, and is shown in (a) of drawing 4 which forms the multicore-like pore of tropism on the other hand the radial pore of the gestalt which equips with the mold of a cooling format shown in (b) of drawing 3 depending on the purpose, and is shown in (b) of drawing 4 -- and further A porous metal with an epidermis layer a porous metal with the laminating of the (f) random porous layer of spherical pore drawing 4 of the random gestalt shown in (e) of drawing 4 and a non porous layer and porous (metal h) non porous etc. is formed. [ with the laminated structure of a (g) multicore-like porous layer and a non porous layer ] If between two or more pores and pores is made to approach when the coagulation pressure under one direction coagulation is made to increase gradually, and the coagulation pressure under one direction coagulation is decreased gradually conversely If between two or more pores and pores can be extended, and can be dispersed, therefore a coagulation pressure is continuously decreased with the passage of time It is possible to give inclination (inclination-izing) to distribution of pore from the high porous field of number density with small pore size to the low porous field of number density with big pore size. The above manufacturing process is shown in drawing 7, and it expresses with a flow chart.

[0016] This invention shown in (b) of drawing 1 is the method of forming a porous metal continuously, i.e., other operation gestalten of continuous casting. Dissolution metal 3-a and gas 3-b in the interior of a heat chamber 1 are continuously introduced into the incubation container 19 from the introductory funnel 11. A heat chamber 1 is assembled caudad, the desirable location inside the coagulation control

room 22 which is lower equipment is equipped with the incubation container 19, and using insufflation pipe 16, the inert gas feed pipe 17, and the gas discharge pipe 18, the interior of the coagulation control room 22 performs reduced pressure actuation in a pressurization list, and is held at a predetermined coagulation pressure. On the other hand, the incubation container 19 is maintained at predetermined coagulation temperature by the heater 20, and the pressure which a predetermined amount is held by the pressure operated of inert gas, and extrudes its dissolution metal 3-a and gas 3-b from opening of mold 21 to the cooling surface of the cooling section 25 in the introductory actuation list of the introductory funnel 11 is adjusted. The pressure which a \*\*\*\* extrudes changes on the balance of the amount into which dissolution metal 3-a and gas 3-b are introduced, and the amount extruded from mold 21. The lead spindle 27 which equipped with the cooling section 25 at the tip as a means to control this amount to extrude is used, and the lead spindle 27 moves at the rate of predetermined, and controls the amount which holds and extrudes the pressure which the above extrudes continuously to a predetermined pressure.

[0017] Being cooled by the cooling surface of the cooling section 25 and beginning coagulation, the amount which the above extrudes is led inside the coagulation room 30, it is cooled by the subcooling section 26 and the periphery or the side of a configuration formed with mold 21 solidifies it. The interior of the coagulation room 30 uses the taking-out opening airtight tools 29 for the inert gas feed pipe 23 and gas discharge pipe 24 list, and has a coagulation pressure adjusted.

[0018] (c) of drawing 4 and (d) were formed by the method of above-mentioned continuous casting, (c) shows the cross-section structure of discontinuous arc pore, and (d) shows the cross-section structure of discontinuous radiation arc pore. These porous metals by which continuous casting was carried out are led by the lead spindle 27 in a roller-conveyor 28 top, and are taken out out of the coagulation room 30 from the taking-out opening airtight tools 29.

[0019] This invention is not limited by the example described above and various modes are possible for it in the details of the manufacture method.

[Example] The example of this invention shown in drawing 5 and drawing 6 below is explained. Formation of the amount of training of the pore in a porous metal and the gestalt of pore, i.e., the direction, size, porosity, etc. can control freely parameters, such as melting temperature, a solution gas pressure, coagulation gas pressure, cooling temperature, a coagulation cooling rate, and a mixed volume ratio, a pressure with inert gas, correctly, and can determine them.

[0020] (a) of drawing 5 dissolves hydrogen gas in the copper fused to about 1,250-degreeC under the pressure of predetermined hydrogen and the mixed gas of an argon, respectively, is made to solidify under the pressure of the mixed gas of predetermined hydrogen and an argon, respectively, and expresses with the relation between the pressure of hydrogen gas, and the pressure of argon gas distribution (%) of the porosity of the porous copper which produced the multicore-like pore of tropism on the other hand. For example, the porosity of the above-mentioned copper-hydrogen and argon mixed-gas system shown in (b) of drawing 5 About 19%, 27% of \*\*:abbreviation, 28% of \*\*:abbreviation, \*\* : \*\* At about 33%, with change of the mixed contrast with the pressure of dissolution hydrogen gas, and the pressure of the argon gas of inert gas, porosity changes and the pressure of hydrogen gas receives the pressure of argon gas. If it increases relatively, it means that the rate of porosity increases. Although the case of \*\* is 50 micrometers - 200 micrometers in diameter, and the size of pore has about 200-micrometer sparse pore, \*\* is 50 micrometers - 100 micrometers, is averaged mostly, and it is crowded with them, and \*\* is 50 micrometers - 120 micrometers and is the same as that of \*\*, the pore of big size can see [ many ], \*\* is 100 micrometers - 230 micrometers, and pore with a size of 120 micrometers can see them on the average. [ many ] As mentioned above, it turns out that the size of pore, i.e., a diameter, will become large if porosity increases, and a diameter will become large if porosity decreases extremely.

[0021] (a) of drawing 6 dissolves nitrogen gas in the iron fused at about 1,650 degrees C under the pressure of predetermined nitrogen and the mixed gas of helium, respectively, is made to solidify under the pressure of the mixed gas of predetermined nitrogen and helium, respectively, and expresses with the relation between the pressure of nitrogen gas, and the pressure of gaseous helium distribution (%) of the

porosity of the porous iron which produced the multicore-like pore of tropism on the other hand. It is about 53%. the optical microscope photograph of (b) of drawing 6 -- each porosity of the above-mentioned iron-nitrogen and helium mixed-gas system -- being shown -- \*\* -- about 0.1% and \*\*: -- about 18% and \*\*: -- about 43% and \*\*: -- If porosity changes and the pressure of nitrogen gas increases relatively to the pressure of gaseous helium with change of the mixed contrast with the pressure of dissolution nitrogen gas, and the pressure of gaseous helium, it means that the rate of porosity increases. This shows the same orientation as copper-hydrogen and an argon mixed-gas system.

[0022] This invention is not limited by the gestalt and example of operation which were stated above, and various modes are possible for it in the details of the manufacture method and the gestalt of generation.

[0023]

[Effect of the Invention] Moreover it is simple for a manufacture process, this invention maintaining the quality of said pore, and is the method of producing said porous metal for having high productivity. This manufacture method If there are a pressure vessel of sufficient magnitude, a climate control system, a system that can adjust a presentation and pressure of an ambient atmosphere, and a coagulation system It can put in practical use on industrial production level comparatively easily, and utilization of a continuous casting process can be especially performed easily by using nitrogen gas and the inert gas of helium in an iron system metallic material. When porosity carried out surface treatment of the metal in which pore size has pore 100 micrometers or less at less than 35% as a feature by the structure of the pore made according to this manufacture method showing the outstanding mechanical property, having bigger specific strength than a non porous parent metal was found out. High intensity and toughness have the feature of this porous metal, it is permeability or impermeability, the directional control of this pore is possible, the diameter which forms this pore reaches far and wide, and it is rich in cutting ability, processability, weldability, etc. further. Furthermore, the property that the metal made porous has the large damping capacity which internal friction grows large more, the elastic modulus decreases, and a metal has is checked. Since said porous metal has much pores, it is a material with immense surface area. By the way, in a ferrous material, using technique, such as carburization, nitriding, or hardening, near the surface is stiffened and the surface hardening that the interior maintains tough nature is often used. This surface hardening can be applied to said porous ferrous material, and a porous ferrous material can be made to strengthen by [ which harden the surface ] depending especially or making an alloy layer form in the pore surface.

[0024] As a primary configuration of these products, it has the shape of a cylinder, tabular, the shape of a pipe, and a cone etc., and those alloys can be used for those materials at iron, copper, nickel, magnesium, aluminum, titanium, chromium, a tungsten, manganese, cobalt, molybdenum, and a beryllium list. Furthermore, other materials, such as a metal alloy or an intermetallic compound with this heterogeneous solvent metal, can be restoration-ized to this pore, and composite material can be made newly.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

**CLAIMS**

[Claim(s)]

[Claim 1] A manufacture method of a porous metal which solubility of a gas atom in the inside of a liquid metal material is large, dissolves a material with whenever [ dissolution / of a gas atom in the inside of a solid-state metallic material / small ], and is characterized by making it solidify.

[Claim 2] A manufacture method of a porous metal according to claim 1 that a parent material is a metal.

[Claim 3] A manufacture method of a porous metal according to claim 1 that gas is hydrogen, hydrogen mixed gas, oxygen, or oxygen mixed gas.

[Claim 4] A manufacture method of a porous metal according to claim 1 of changing a geometric gestalt of pore by changing a setting pressure during cooling / coagulation.

[Claim 5] A manufacture method of a porous metal according to claim 1 that a coagulation field which does not have said pore by changing a setting pressure during cooling / coagulation, and a porous coagulation field where this pore was generated can be made to form.

[Claim 6] A manufacture method of a porous metal according to claim 1 which can control the growth direction of coagulation / liquid interface, and can control the growth direction of said pore.

[Claim 7] A manufacture method of a porous metal according to claim 1 or 6 which can generate said pore of a radial by cooling the side of cylinder-like mold.

[Claim 8] A manufacture method of a porous metal according to claim 1 or 6 which can generate said pore of multicore structure by cooling a base of mold.

[Claim 9] A manufacture method of a porous metal given in a claim of either claim 1 said whose gas is the mixed gas of nitrogen, inert gas, or nitrogen and inert gas thru/or claim 2 or claim 4 thru/or claim 8.

[Claim 10] A manufacture method of a porous metal given in a claim of either claim 1 which a pressure of cooling temperature and this gas is controlled, and this gas is deposited in solid phase, and generates pore when controlling melting temperature and a pressure of said gas, dissolving this gas into said metallic material in casting and making it solidify thru/or claim 9.

[Claim 11] A manufacture method of a porous metal given in a claim of either claim 1 which makes speed which extrudes continuously said metallic material which fused said gas from mold in a continuous casting process, and a cooling rate control and solidify thru/or claim 10.

[Translation done.]



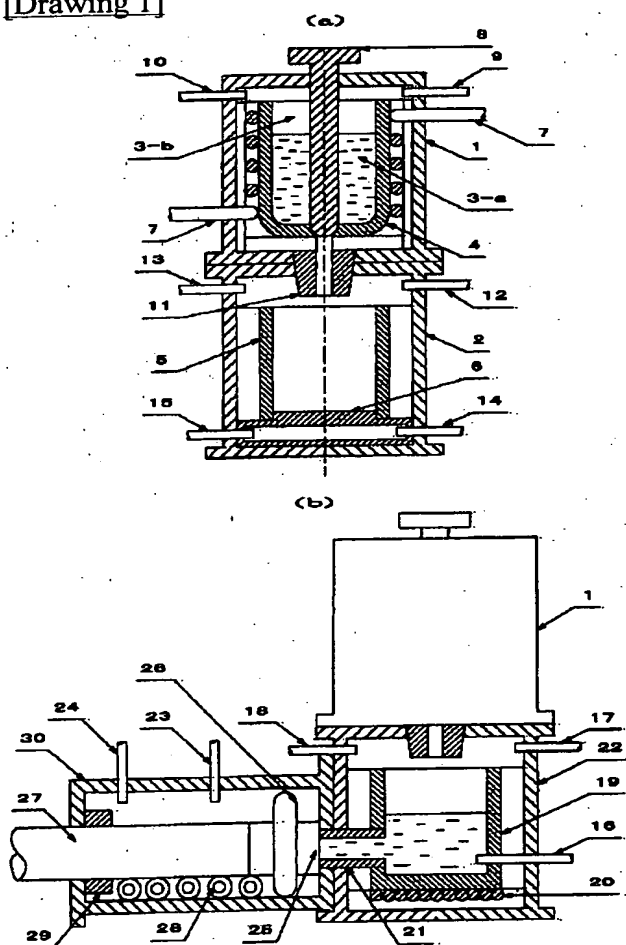
## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

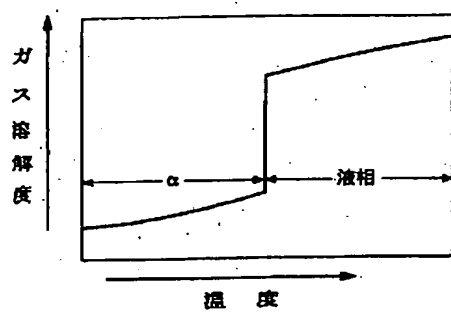
## DRAWINGS

[Drawing 1]

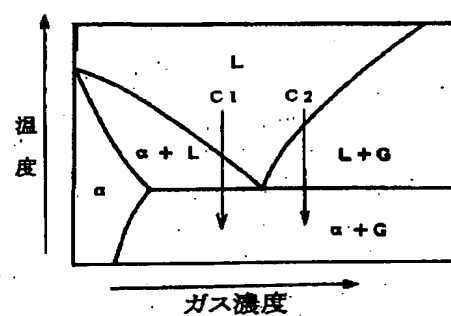


[Drawing 2]

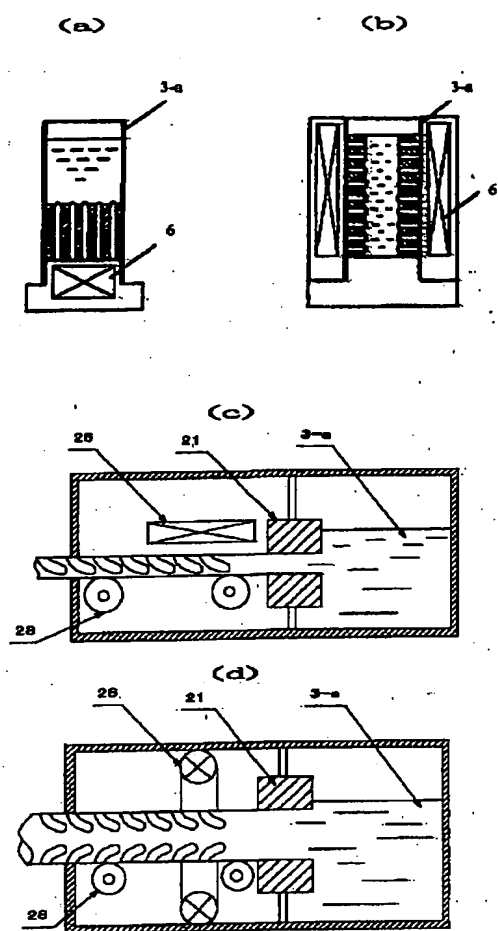
(a)



(b)



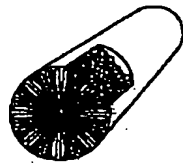
[Drawing 3]



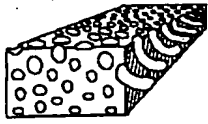
[Drawing 4]



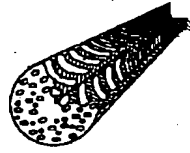
(a)



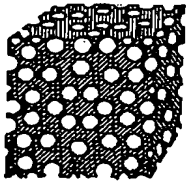
(b)



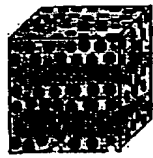
(c)



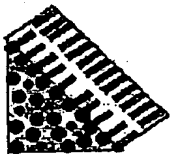
(d)



(e)



(f)

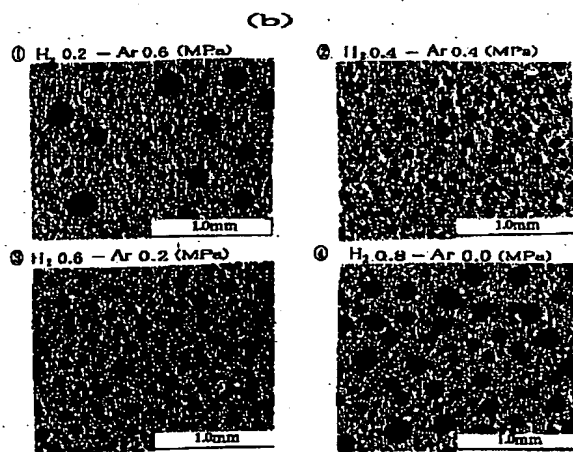
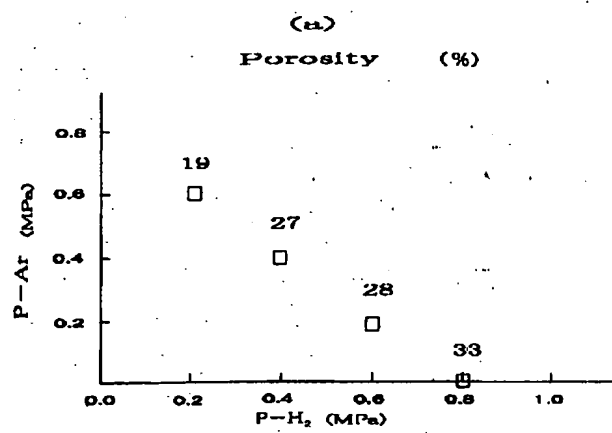


(g)

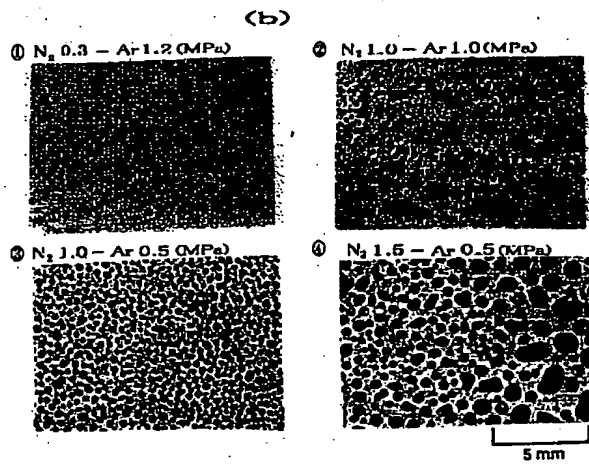
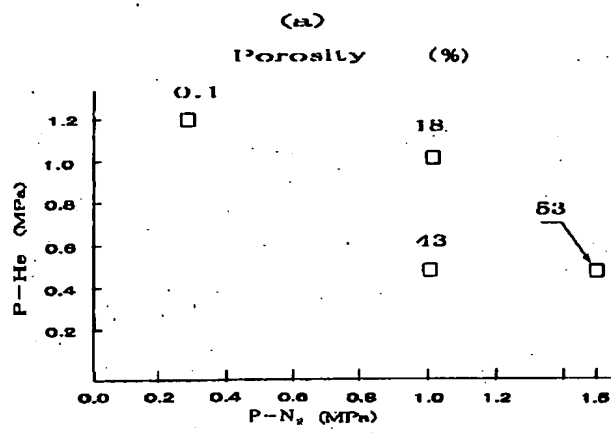


(h)

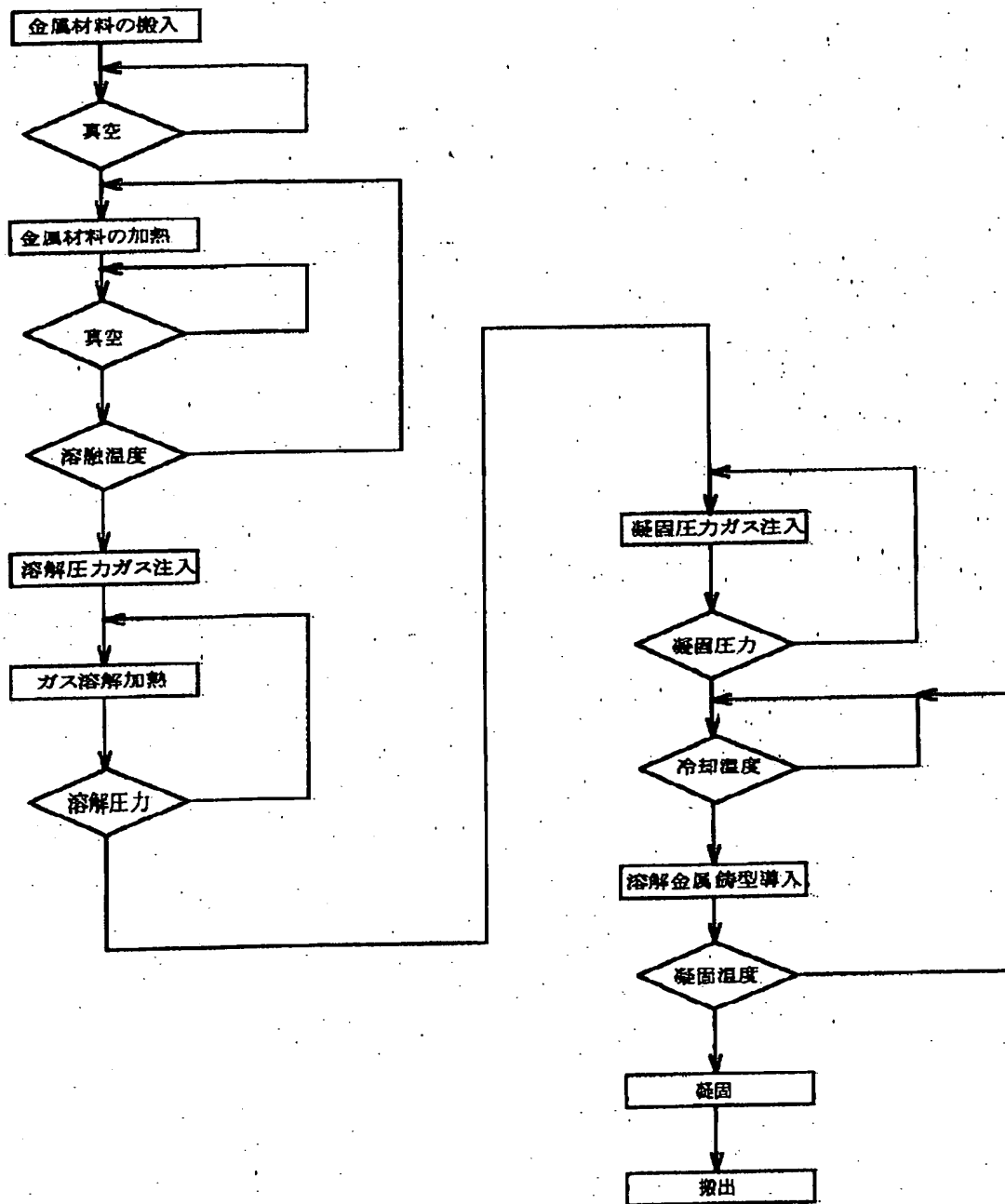
[Drawing 5]



[Drawing 6]



[Drawing 7]



[Translation done.]